ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53217— 2008 (ИСО 10382:2002)

Качество почвы

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРОРГАНИЧЕСКИХ ПЕСТИЦИДОВ И ПОЛИХЛОРИРОВАННЫХ БИФЕНИЛОВ

Газохроматографический метод с электронозахватным детектором

ISO 10382:2002
Soil quality —
Determination of organochlorine pesticides and polychlorinated biphenyls — Gaschromatographic method with electron capture detection (MOD)

Издание официальное

БЗ 9—2008/269

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (ОАО «ВНИИС») на основе русской версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 25 «Качество почв и грунтов»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 25 декабря 2008 г. № 711-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 10382:2002 «Качество почвы. Определение содержания хлорорганических пестицидов и полихлорированных бифенилов. Газохроматографический метод с электронозахватным детектором» (ISO 10382:2002 «Soil quality — Determination of organochlorine pesticides and polychlorinated biphenyls — Gaschromatographic method with electron capture detection»).

При этом дополнительные слова (фразы, показатели, их значения), включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации и особенностей национальной стандартизации, выделены курсивом

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2009

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 *Сущность* метода . . . 2
4 Реактивы . . . 2
5 Аппаратура . . . 4
6 Приготовление стандартных растворов ПХБ и ХОП . . . 5
7 *Отбор* и консервирование проб . . . 5
8 Выполнение анализа . . . 6
9 Оформление отчета . . . 11
Приложение А (справочное) Время удерживания полихлорированных бифенилов и хлорорганических пестицидов для двух различных капиллярных колонок . . . 12
Приложение В (справочное) Схема приготовления стандартных растворов, включая внутренние стандарты . . . 13
Приложение С (справочное) Результаты межлабораторного эксперимента, проведенного в Голландии . . . 14
Приложение D (справочное) Проведение очистки с целью удаления элементарной серы и некоторых органических соединений серы . . . 17
Библиография . . . 18

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Качество почвы

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРОРГАНИЧЕСКИХ ПЕСТИЦИДОВ И ПОЛИХЛОРИРОВАННЫХ БИФЕНИЛОВ

Газохроматографический метод с электронозахватным детектором

Soil quality. Determination of organochlorine pesticides and polychlorinated biphenyls content. Gaschromatographic method with electron capture detection

Дата введения — 2010—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт *устанавливает* метод количественного определения полихлорированных бифенилов и хлорорганических пестицидов в почве. Положения настоящего стандарта применимы к почвам всех типов.

При соблюдении условий, указанных в настоящем стандарте, пределы детектирования могут составлять от 0,1 до 4 мкг/кг (в пересчете на сухое вещество).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 52501—2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ 17.4.3.01—83 Охрана природы. Почвы. Общие требования к отбору проб

ГОСТ 17.4.3.03—85 Охрана природы. Почвы. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ

ГОСТ 17.4.4.02—84 Охрана природы. Почвы. Метод отбора и подготовка проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3956—76 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 5644—75 Сульфит натрия безводный. Технические условия

ГОСТ 8682—93 Посуда лабораторная стеклянная. Шлифы конические взаимозаменяемые

ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 9805—84 Спирт изопропиловый. Технические условия

ГОСТ 22300—76 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25828—83 Гептан нормальный эталонный. Технические условия

ГОСТ 28168—89 Почвы. Отбор проб

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 28268—89 Почвы. Методы определения влажности, максимальной гигроскопической влажности и влажности устойчивого завядания растений

Издание официальное

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание — При использовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 *Сущность* метода

После предварительной обработки пробы проводят экстракцию анализируемого образца почвы углеводородным растворителем.

Экстракт концентрируют; полярные соединения удаляют пропусканием сконцентрированного экстракта через колонку, заполненную оксидом алюминия. Полученный *экстракт* концентрируют.

Элементарную серу при необходимости удаляют из сконцентрированного экстракта обработкой сульфитом тетрабутиламмония.

Экстракт анализируют газохроматографическим методом. Разделение соединений проводят с использованием капиллярной колонки с неподвижной фазой низкой полярности. Детектирование осуществляют электронозахватным детектором (ЭЗД).

Полихлорированные бифенилы (ПХБ) и хлорорганические пестициды (ХОП) идентифицируют и количественно определяют сравнением относительного времени удерживания и относительной высоты пиков (или площадей пиков) по отношению к добавленным стандартам с соответствующими значениями в растворе внешнего стандарта. Эффективность анализа зависит от состава исследуемого образца почвы. Описанная процедура не учитывает степень экстракции, связанную с особенностями структуры и состава почвы исследуемого образца.

Предел детектирования зависит от природы определяемого вещества, используемого оборудования, степени чистоты реактивов, используемых при экстракции образца почвы и очистке экстракта.

Примечания

1 Для более надежной идентификации детектированных соединений и найденных концентраций необходимо проведение дополнительных исследований. Подтверждение полученных данных можно осуществить повторным проведением газохроматографического анализа с использованием колонки другой полярности и/или проведением анализа методом газовой хроматографии/масс-спектрометрии (ГХ/МС).

2 Настоящий метод позволяет проведение идентификации и количественного определения прочих нелетучих хлорорганических соединений, например, некоторых хлорбензолов.

4 Реактивы

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию не ниже х.ч. Чистота используемых реактивов должна быть проверена проведением холостого определения согласно 8.1.

4.1 Петролейный эфир *по нормативному документу*, температура кипения 40 °С — 60 °С.

4.2 Ацетон *по ГОСТ 2603*.

4.3 н-Гексан *по нормативному документу*.

4.4 Диэтиловый эфир *по ГОСТ 22300*. Диэтиловый эфир может содержать пероксиды, могущие окислять некоторые из определяемых соединений. Отсутствие пероксидов *достигается* встряхиванием со свежеприготовленным 10 % (по массе) раствором йодида калия.

4.5 Сульфат натрия безводный *по ГОСТ 4166*, прокаленный при температуре (550 ± 20) °С не менее 6 ч, *охлажденный* приблизительно до 200 °С в муфельной печи и затем до температуры окружающей среды в эксикаторе с перхлоратом магния или другим осушителем. Безводный сульфат натрия при хранении следует тщательно оберегать от попадания влаги.

4.6 Оксид алюминия *по нормативному документу*, основной или нейтральный, насыпной плотностью 200 $м^2/г$, активность Супер 1 по Брокману.

4.7 Оксид алюминия, дезактивированный добавлением 10 % воды. К 90 г оксида алюминия (по 4.6) добавляют 10 г воды. Перемешивают до получения однородной массы. *Дезактивированный* оксид алюминия выдерживают не менее 16 ч перед использованием, *не допуская попадания влаги из воздуха*.

4.8 Силикагель *по ГОСТ 3956*, размер частиц 60 — 200 мкм, дезактивированный добавлением 5 % воды *следующим образом*. 95 г силикагеля выдерживают в сушильном шкафу при температуре 150 °С не менее 24 ч. Охлаждают в эксикаторе и добавляют 5 г воды. Перемешивают до получения однородной массы. *Дезактивированный* силикагель выдерживают не менее 16 ч перед использованием, не допуская попадания влаги из воздуха. Следует проверять элюирующую способность каждой новой партии оксида алюминия и силикагеля относительно стандартного раствора ПХБ или ХОП. При необходимости степень дезактивации сорбента подбирают экспериментально (см. 8.4).

4.9 *Стандартные образцы состава раствора перечисленных ниже компонентов в н-гексане, н-гептане или изооктане и/или вещества с известным содержанием основного вещества.*

Таблица 1

Наименование	Номер по каталогу CAS*
4.9.1 Полихлорированные бифенилы**	
ПХБ-28: 2,4,4'-трихлорбифенил	7012-37-5
ПХБ-52: 2,2',5,5'-тетрахлорбифенил	35693-99-3
ПХБ-101: 2,2',4,5,5'-пентахлорбифенил	37680-73-2
ПХБ-118: 2,3',4,4',5-пентахлорбифенил	31508-00-6
ПХБ-138: 2,2',3,4,4',5'-гексахлорбифенил	35065-28-2
ПХБ-153: 2,2',4,4',5,5'-гексахлорбифенил	35065-27-1
ПХБ-180: 2,2',3,4,4',5,5'-гептахлорбифенил	35065-29-3
4.9.2 Хлорорганические пестициды	
Гексахлорбензол (ГХБ)	118-74-1
α-Гексахлорциклогексан (α -ГХЦГ)	319-84-6
β-Гексахлорциклогексан (β-ГХЦГ)	319-85-7
γ -Гексахлорциклогексан (γ -ГХЦГ)	58-89-9
Альдрин	309-00-2
Диэльдрин	60-57-1
Эндрин	72-20-8
Гептахлор	76-44-8
Гептахлор эпоксид (экзо-, цис- или *а*-изомер)	28044-83-9
Гептахлор эпоксид (эндо-, транс- или *b*-изомер)	1024-57-3
α-Эндосульфан	959-98-7
p,p'-ДДЭ	72-55-9
o,p'-ДДД	53-19-0
o,p'-ДДТ	784-02-6
p,p'-ДДД	72-54-8
o,p'-ДДЭ	3424-82-6
p,p'-ДДТ	50-29-3
4.9.3 Внутренние стандарты*	
ПХБ-155: 2,2' ,4,4' ,6,6'-гексахлорбифенил	33979-03-2
ПХБ-143: 2,2',3,4,5,6'-гексахлорбифенил***	68194-15-0
ПХБ-207: 2,2',3,3',4,4',5,6,6'-нонахлорбифенил***	52663-79-3
Мирекс***	2385-85-5

* Регистрационные номера, принятые CAS (Кэмикл Абстрактс Сервис).

** Приведены *условные номера полихлорированных* бифенилов согласно правилам ИЮПАК по номенклатуре органических соединений.

*** Из приведенных соединений выбирают второй внутренний стандарт, не оказывающий мешающего влияния на *регистрацию* определяемых компонентов.

4.10 Раствор тетрабутиламмония (сульфита тетрабутиламмония).

Готовят раствор гидросульфата тетрабутиламмония молярной концентрацией $c[(C_4H_9)_4NHSO_4] = 0{,}1$ моль/дм^3, используя в качестве растворителя смесь воды *по ГОСТ Р ИСО 52501* и изопропанола *по ГОСТ 9805*, взятую в отношении 1:1 (по объему). В приготовленный раствор добавляют сульфит натрия *по ГОСТ 5644* до насыщения.

Примечание — Как правило, на 100 см^3 раствора достаточно добавить 25 г сульфита натрия.

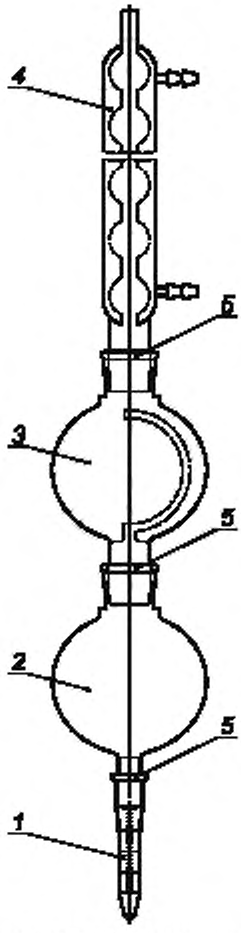
4.11 н-Гептан *по ГОСТ 25828*.

4.12 Вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501.

4.13 Азот *газообразный по ГОСТ 9293*.

5 Аппаратура

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, высокого или специального класса точности с ценой наименьшего деления не более 0,1 мг.



1 — градуированная пробирка вместимостью 15 см^3; *2* — перегонная колба; *3* — приемник; *4* — обратный холодильник; *5* — конические шлифы по ГОСТ 8682

Рисунок 1 — Испаритель Кудерна-Даниша

Стеклянная химическая посуда *по ГОСТ 25336*. Всю используемую стеклянную посуду тщательно моют, после чего ополаскивают последовательно ацетоном, а затем петролейным эфиром или гексаном.

Стеклянные бутыли для анализируемых проб емкостью 1 дм^3 с закручивающимися крышками и тефлоновыми прокладками.

Встряхиватель для горизонтального встряхивания (*частота от* 200 *до* 300 *мин*$^{-1}$).

Водяная баня с нагревом до 100 °С.

Делительные воронки вместимостью 2 дм^3.

Конические колбы *по ГОСТ 25336* вместимостью 500 см^3.

Испаритель Кудерна-Даниша (см. рисунок 1). Может также использоваться ротационный испаритель.

Кварцевое волокно или силанизированное стекловолокно, промытое петролейным эфиром или гексаном.

Примечание — При работе с кварцевым волокном имеется риск попадания мелких частиц кварца в дыхательные пути. Для предотвращения этого работы проводят под тягой или используют защитные маски.

Кипелки из стекла или фарфора, промытые петролейным эфиром или гексаном.

Градуированные пробирки *по ГОСТ 1770* вместимостью 15 см^3 со стеклянными пробками на шлифах.

Трубки *для приготовления* хроматографических *колонок* (см. рисунок 2).

Пипетки градуированные *2-го класса точности по ГОСТ 29227*.

Колбы мерные 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Газовый хроматограф, снабженный системой ввода проб, капиллярной колонкой и электронозахватным детектором (ЭЗД) на основе ^{63}Ni.

Примечание

1 Работа с закрытым радиоактивным источником, каковым является источник ЭЗД, проводится при наличии соответствующего разрешения согласно действующим нормативным документам.

2 Газовый хроматограф, снабженный двумя детекторами и имеющий возможность подсоединения двух капиллярных колонок к одной и той же системе ввода проб, наилучшим обра-

зом подходит для анализов данного вида, *поскольку* позволяет одновременное проведение основного и подтверждающего анализа.

Капиллярная колонка из плавленого кварца длиной 50 м и внутренним диаметром около 0,25 мм, покрытая пленкой связанного полисилоксана. Возможно использование других колонок, однако в данном случае может наблюдаться неудовлетворительное разделение компонентов. Для подтверждения полученных результатов используют колонку, покрытую умеренно полярной фазой, например, CP-Sil 19, OV 1701 и т.д.

Примечание — В приложении А приведены значения времени удерживания для ПХБ и ХОП, полученные на капиллярных колонках с CP-Sil 8 и CP-Sil 19.

6 Приготовление стандартных растворов ПХБ и ХОП

Готовят индивидуальные основные стандартные растворы *определяемых* компонентов и *внутренних стандартов* в н-гептане *номинального значения* массовой концентрации 0,4 мг/см^3. Для этого отвешивают по 10 мг *соответствующего соединения* (по 4.9) с точностью до ± 0,1 мг, растворяют в н-гептане *и доводят н-гептаном до объема* 25 см^3 *в мерной колбе, либо разбавляют стандартный образец состава раствора соответствующего компонента н-гептаном.*

Чистоту основных стандартных растворов проверяют газохроматографически, хроматографируя приготовленные растворы с использованием предпочтительно неспецифичного детектора, например, пламенно-ионизационного (ПИД) или детектора по теплопроводности (ДТП).

Готовят исходный и рабочие стандартные растворы смеси ПХБ и ХОП, *используя основные стандартные растворы индивидуальных соединений* согласно приложению В.

Соединения, присутствующие в стандартном растворе смеси, должны полностью разделяться на используемой газохроматографической колонке.

Приготовленные основной и разбавленные стандартные растворы хранят в темном месте при температуре не выше 4 °С.

Примечание — Растворы устойчивы в течение 1 года при условии минимального испарения растворителя.

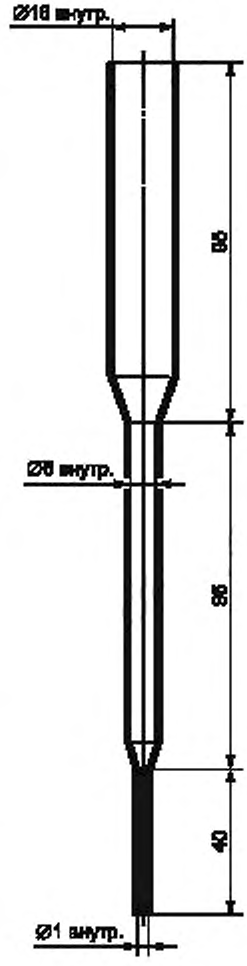


Рисунок 2 — Трубка *для приготовления* хроматографической *колонки*

7 *Отбор* и консервирование проб

7.1 *Отбор проб*

Представительную пробу почвы отбирают в соответствии с *ГОСТ 17.4.3.01, ГОСТ 28168.*

7.2 Консервирование и предварительная обработка проб

Пробу для анализа следует предварительно обработать как можно скорее после ее отбора. Пробы хранят в темном месте при температуре не выше 10 °С в холодильнике. При определении ХОП срок хранения почвенных образцов с естественной влажностью составляет не более 7 дней.

Определяют содержание сухого вещества в почве с естественной влажностью по [1]. Образцы измельчают, если их однородность недостаточна для отбора представительной пробы почвы. Измельчение следует проводить в криогенных условиях после химической сушки пробы безводным сульфатом натрия (см. 4.5) в соответствии с [2].

Для воздушно-сухих образцов, *хранящихся в* закрытой *емкости*, допускается более длительный срок хранения при комнатной температуре (*до* 1 мес).

8 Выполнение анализа

8.1 Анализ холостой пробы

Перед проведением анализа образцов необходимо выполнить анализ холостой пробы по 8.2 — 8.5, используя те же количества реактивов, что и при проведении экстракции, очистке экстракта и анализе образца. Для проб почвы, измельченных в криогенных условиях, проводят холостое определение, используя 8 г сульфата натрия (см. 4.5) и 2 г талька, добавляя все необходимые реагенты.

Если результаты холостого определения завышены, т.е. составляют более 10 % нижней границы интересующих значений *массовой* концентрации *компонентов* (в подлиннике 10 % наименьшего интересующего значения или значения, представляющего интерес), устанавливают *источник загрязнения* пошаговым анализом всех стадий процедуры *проведения определений*.

При проведении измерений на уровне предела детектирования даже реактивы, предназначенные для анализа следов, могут не соответствовать этому критерию. В этом случае холостое определение следует проводить при анализе каждой серии образцов, поступающих на анализ.

Значения концентраций, полученные в результате анализа холостой пробы, должны быть ниже, чем пределы детектирования исследуемых веществ.

8.2 Экстракция и концентрирование

8.2.1 Воздушно-сухие образцы

20 г воздушно-сухой пробы помещают в коническую колбу. К анализируемому образцу добавляют 50 $см^3$ ацетона (см. 4.2) и проводят экстракцию встряхиванием в течение 15 мин на встряхивателе. Затем добавляют 50 $см^3$ петролейного эфира (см. 4.1) и продолжают встряхивание еще 15 мин. Повторяют экстракцию еще с 50 $см^3$ петролейного эфира (см. 4.1). Экстракты собирают в делительную воронку вместимостью 2 $дм^3$ и удаляют ацетон двукратным встряхиванием смеси с 500 $см^3$ воды. Экстракт пропускают через слой безводного сульфата натрия для удаления влаги и переносят в испаритель. Сульфат натрия трижды промывают петролейным эфиром, порциями по 10 $см^3$, и собранный при этом петролейный эфир также переносят в испаритель.

8.2.2 Образцы естественной влажности

Определяют влажность почвы по ГОСТ 28268.

Если влажность образца не превышает 25 %, то 20 г пробы помещают в коническую колбу. К анализируемому образцу добавляют 50 $см^3$ ацетона (см. 4.2) и проводят экстракцию встряхиванием в течение 15 мин на встряхивателе. Затем добавляют 50 $см^3$ петролейного эфира (см. 4.1) и продолжают встряхивание еще 15 мин. Повторяют экстракцию еще с 50 $см^3$ петролейного эфира (см. 4.1).

Если влажность образца превышает 25 %, увеличивают количество используемого ацетона. Отношение *объемных долей* ацетона и воды *при экстракции* должно составлять не менее чем 9:1. Отношение *объемных долей* ацетона и петролейного эфира должно быть 1:2.

Полученные экстракты собирают в делительную воронку вместимостью 2 $дм^3$ и удаляют ацетон двукратным встряхиванием смеси с 500 $см^3$ воды. Экстракт пропускают через слой безводного сульфата натрия для удаления влаги и переносят в испаритель. Сульфат натрия трижды промывают петролейным эфиром, порциями по 10 $см^3$, и собранные промывные воды также переносят в испаритель.

Возможно применение альтернативных способов проведения экстракции, таких как ультразвуковое или микроволновое экстрагирование, или экстрагирование под давлением. Однако при использовании альтернативной техники экстракции необходимо подтвердить ее сопоставимость со способом, описанным в настоящем стандарте.

8.2.3 Концентрирование

Помещают в испаритель кипелки и концентрируют экстракт в течение приблизительно 10 мин. Сконцентрированный экстракт переносят в градуированную пробирку и концентрируют до объема 1 $см^3$ в слабом токе азота при комнатной температуре.

Примечание — Слишком высокая температура или сильный поток азота могут привести к потерям наиболее летучих ПХБ и ХОП.

8.3 Очистка экстракта

Готовят адсорбционную колонку, помещая в хроматографическую трубку небольшое количество кварцевого волокна и наполняя колонку (2,0 ± 0,1) г оксида алюминия (см. 4.7) *без применения растворителя*.

Перед проведением элюирования проверяют элюирующую способность каждой партии колонок с оксидом алюминия, а также устанавливают объем, необходимый для элюирования, используя для этого стандартные растворы ПХБ и ХОП.

С помощью пипетки переносят экстракт в сухую адсорбционную колонку с окисью алюминия. Дважды ополаскивают пробирку петролейным эфиром, порциями по 1 см^3, и полученные растворы переносят с помощью той же пипетки в колонку, как только уровень жидкости в колонке достигнет верхнего края набивки колонки. Элюируют *ПХБ и ХОП* приблизительно 20 см^3 петролейного эфира.

Полученный экстракт делят на две равные части. Одну часть оставляют на случай необходимости проведения анализа разбавленного экстракта. Вторую часть концентрируют в слабом токе азота без дополнительного нагревания до объема приблизительно 1 см^3.

Примечание — Возможно использование готовых промышленных колонок в качестве альтернативы, если их применение в данном случае адекватно.

Присутствие серы в экстракте ПХБ и неполярных ХОП может оказывать мешающее влияние на хроматограмме. Если предполагается присутствие элементарной серы (возможно среди прочего при анализе *образцов* анаэробных почв), ее удаляют следующим образом.

К 1 см^3 сконцентрированного экстракта добавляют 2 см^3 сульфита тетрабутиламмония (см. 4.10) и встряхивают в течение 1 мин. Добавляют 10 см^3 воды и продолжают встряхивание еще 1 мин. Отделяют органическую фазу от водной и добавляют несколько кристалликов безводного сульфата натрия для удаления остатков влаги.

Примечание — Возможно применение альтернативных способов удаления серы, например, с помощью пирогенной меди (см. приложение D), если данные способы предполагают равнозначный результат.

Если дальнейшая очистка более не требуется, добавляют 10 мм^3 раствора смеси внутренних стандартов (см. 4.9.3); *массовая концентрация* внутренних стандартов в этом растворе должна быть *ровно* в 100 раз выше, чем *массовая концентрация* тех же внутренних стандартов в рабочем стандартном растворе (см. приложение В).

8.4 Колоночно-хроматографическое отделение ПХБ и неполярных ХОП от некоторых полярных ХОП

В случае сложных по составу образцов газохроматографический анализ может дать недостаточное разделение веществ. Эту проблему можно решить проведением дополнительного хроматографического разделения всего сконцентрированного экстракта.

Сконцентрированный экстракт разделяют колоночной хроматографией на силикагеле (см. 4.8) на две фракции. Первая фракция содержит ПХБ и неполярные ХОП (ГХБ, *p,p'*-ДДТ, гептахлор, альдрин, *p,p'*-ДДЭ). Вторая фракция содержит более полярные ХОП (α -ГХЦГ, β -ГХЦГ, γ-ГХЦГ, диэльдрин, эндрин, *o,p'*-ДДД, α-эндосульфан). Элюирующую способность колонки проверяют с помощью стандартных растворов ПХБ и ХОП. При необходимости регулируют активность силикагеля, увеличивая количество воды *при его подготовке по 4.8*, если соединения из первой фракции появляются во второй фракции или если первая фракция не содержит соединений, приведенных выше. *Наоборот*, добавляют меньше воды, если соединения из второй фракции оказываются в первой.

Экстракты разделяют следующим образом. Помещают небольшое количество кварцевого волокна в хроматографическую трубку. Насыпают (1,5 $\pm$ 0,1) г силикагеля (см. 4.8) и сверху фиксируют слоем 1 см сульфата натрия (см. 4.5). С помощью пипетки переносят экстракт в сухую адсорбционную колонку с силикагелем. Дважды ополаскивают пробирку гексаном, порциями по 1 см^3, и полученные растворы переносят с помощью той же пипетки в колонку, как только уровень жидкости в колонке достигнет верхнего края набивки колонки. Элюируют из расчета 25 см^3 гексана (первая фракция) и 25 см^3 смеси гексан : диэтиловый эфир (75:25 по объему) (вторая фракция).

Примечание — Возможно использование готовых промышленных колонок одноразового использования в качестве альтернативы, если их применение в данном случае адекватно.

Каждый из двух полученных *экстрактов* делят на две равные части и одну часть каждого *экстракта* оставляют на случай необходимости повторного проведения анализа разбавленного экстракта. Оставшиеся части двух разделенных фракций выпаривают в пробирках до объема 1 см^3 *в слабом токе азота при комнатной температуре.*

Добавляют 10 мм^3 раствора *смеси внутренних* стандартов (см. 4.9.3); *массовая концентрация* внутренних стандартов в этом растворе должна быть *ровно* в 100 раз выше, чем *массовая концентрация* тех же внутренних стандартов в рабочем стандартном растворе (см. приложение В).

8.5 Газохроматографический анализ

8.5.1 Оптимизация условий разделения

Оптимизируют режимы газового хроматографа для достижения оптимального разделения. Число теоретических тарелок и фактор емкости для ПХБ-138 должны составлять соответственно не менее

$6 \cdot 10^4$ и 6 при температуре 220 °С. Необходимо, чтобы наблюдалось достаточное разделение хроматографических пиков ПХБ-28 и ПХБ-31 (разрешение не менее 0,5) при интегрировании пика ПХБ-28.

Ниже приведены ориентировочные режимы газового хроматографа:

температура инжектора (только при проведении инжекции в режиме без деления потока) . . . . . 210 °С;

температура колонки . . . . . 80 °С в течение 4 мин, затем нагрев со скоростью 4 °С/мин до 300 °С;

температура детектора . . . . . 300 °С;

газ-носитель . . . . . гелий;

линейная скорость потока газа-носителя . . . . . от 20 до 30 см/с

8.5.2 Построение градуировочных зависимостей

8.5.2.1 Общие положения

Различают два типа градуировки: первичная градуировка (см. 8.5.2.2) и ежедневная градуировка, сопряженная с проверкой *стабильности* первичной градуировки (см. 8.5.2.3).

Первичная градуировка служит для нахождения линейного рабочего диапазона градуировочной кривой. *Она* проводится при первичной апробации метода или же после замены/ремонта оборудования.

Ежедневная градуировка используется для проверки применимости линейного рабочего диапазона первичной градуировочной характеристики и проводится перед каждой серией анализов.

Примечание — Допустимо применение методов нелинейной градуировки в случае их правомерности.

8.5.2.2 Первичная градуировка

Регистрируют хроматограммы не менее пяти стандартных растворов с равноотстоящими концентрациями определяемых веществ согласно приложению, включая хроматограмму растворителя (см. приложение В). Идентифицируют пики в соответствии с приложением А, при необходимости используя хроматограммы индивидуальных компонентов. Устанавливают градуировочные *характеристики* для каждого соединения.

Для расчетов рекомендуется использовать высоты пиков вместо площадей пиков.

Используя метод наименьших квадратов, вычисляют *параметры уравнения* прямой, удовлетворяющей всему диапазону массовой концентрации соединения в градуировочных растворах. Если начало координат попадает в диапазон рассчитанной прямой с вероятностью 95 %, то пересчитывают уравнение линейной регрессии с учетом прохождения прямой через начало координат.

Если начало координат не попадает в диапазон прямой с вероятностью 95 %, исключают раствор с самой высокой концентрацией и повторяют расчеты.

Определяют отклонение измеренных значений от первичной градуировочной прямой. При отклонении значений раствора с самой высокой концентрацией не более чем на 5 % принимают, что весь диапазон концентраций попадает в диапазон линейности. Если отклонение составляет более 5 %, сужают диапазон исключением значений самой высокой концентрации *и повторяют обработку данных без учета точки с самой высокой концентрацией*.

В качестве рабочего стандартного раствора *для ежедневной градуировки (см. 8.5.2.3)* выбирают градуировочный раствор с концентрацией, наиболее близкой к середине линейного диапазона. Если диапазон концентраций в пробах ниже, чем в установленном рассчитанном линейном диапазоне, допускается в качестве рабочего *стандартного раствора* использовать градуировочный раствор более низкой концентрации, соответствующей середине диапазона концентраций компонентов в пробах.

8.5.2.3 *Ежедневная градуировка*

Перед проведением каждой серии анализов проверяют первичную градуировочную зависимость следующим образом.

Регистрируют хроматограммы не менее чем двух градуировочных стандартов с концентрациями на уровне (20 ± 10) % и (80 ± 10) % установленного линейного диапазона и рассчитывают *уравнение* прямой, исходя из проведенных измерений. Если рассчитанная прямая совпадает с прямой, *полученной при* первичной градуировке с вероятностью не менее 95 %, первичная градуировка признается действительной. В противном случае устанавливают новую градуировочную зависимость согласно 8.5.2.2.

После проведения проверки первичной градуировки поступают следующим образом.

Регистрируют хроматограмму рабочего стандартного раствора. На основании полученной хроматограммы определяют относительные времена удерживания для всех ПХБ и ХОП по отношению к внутреннему стандарту.

Относительное время удерживания t_{RRx} соединения *X* по отношению к внутреннему стандарту ПХБ-155 определяется по формуле

$$t_{RR_X} = \frac{t_{AR_X}}{t_{AR_{ПХБ\ 155}}}, \quad (1)$$

где t_{AR_X} — абсолютное время удерживания соединения *X, мин или с*;

$t_{AR_{ПХБ\text{-}155}}$ — абсолютное время удерживания внутреннего стандарта ПХБ-155, *мин или с.*

Затем определяют относительный отклик для всех ПХБ и ХОП по отношению к внутреннему стандарту ПХБ-155.

Относительный отклик r_{reiX} соединения *X* по отношению к внутреннему стандарту ПХБ-155 определяется по формуле

$$r_{reiX} = \frac{r_X}{r_{ПХБ\ 155}} = \frac{c_{ПХБ\ 155}}{c_X}, \quad (2)$$

где r_X — отклик соединения *X*;

$r_{ПХБ\text{-}155}$ — отклик внутреннего стандарта ПХБ-155;

c_X — *массовая* концентрация соединения *X*;

$c_{ПХБ\text{-}155}$ — *массовая* концентрация внутреннего стандарта ПХБ-155.

Массовая концентрация соединения X и внутреннего стандарта должна быть выражена в одних и тех же единицах.

8.5.3 Проведение измерений

Обрабатывают хроматограммы экстрактов, полученных согласно 8.4. Используя абсолютные времена удерживания, идентифицируют пики внутренних стандартов. Для остальных пиков на хроматограммах определяют относительные времена удерживания по отношению к обоим внутренним стандартам. Идентифицируют соединение, если его относительное время удерживания отличается от рассчитанного по 8.5.2 не более чем на 0,2 %.

Присутствие любого из идентифицированных соединений подтверждают повторной регистрацией хроматограммы по 8.5.1, используя колонку с умеренно полярной фазой, или методом ГХ/МС.

Если рассчитанная массовая концентрация одного или нескольких ПХБ или ХОП превышает верхний уровень диапазона линейности для данного соединения, то следует провести повторное хроматографирование экстракта при его разбавлении. Для этого используют вторую часть *экстракта*, полученного по 8.3. Данную порцию экстракта разбавляют таким образом, чтобы содержание определяемого компонента попадало в линейный диапазон концентраций. Далее добавляют 10 мм^3 стандартных растворов согласно 8.4 и повторяют анализ, начиная с 8.5.

Примечание — В данном случае при проведении количественных расчетов следует учитывать фактор разведения пробы.

8.5.4 Проведение расчетов

8.5.4.1 Общие принципы

Количественные расчеты концентраций ПХБ и ХОП проводят с использованием внутреннего стандарта, добавляемого к экстракту. Однако здесь возможны ошибки в случае присутствия на хроматограмме пика мешающего соединения, время удерживания которого совпадает со временем удерживания внутреннего стандарта. Поэтому к экстракту добавляют два *внутренних* стандарта для определения того, присутствуют ли в экстракте мешающие компоненты, или таковых нет. Соответствующие *внутренние* стандарты выбирают в зависимости от характеристик используемых капиллярных колонок. В качестве стандарта может использоваться только такое соединение, времена удерживания которого на обеих колонках не совпадают со временами удерживания ни одного из анализируемых компонентов.

Наличие или отсутствие мешающих соединений определяют исходя из измеренных откликов внутренних стандартов. Если в экстракте отсутствуют мешающие соединения, то отношение откликов внутренних стандартов в экстракте равно их отношению в стандартных растворах. Частное этих двух отношений называется относительным отношением откликов R_{relr}. При отсутствии мешающих соединений значение R_{relr}, как правило, равно 1,00. В настоящем стандарте предполагается, что мешающие соединения отсутствуют в экстракте, если $R_{relr} = 1{,}00 \pm 0{,}05$.

Если значение R_{relr} отличается от $1{,}00 \pm 0{,}05$, предполагают, что на отклик одного из внутренних стандартов оказывает влияние мешающее соединение, присутствующее в экстракте. В этом случае количественные расчеты проводят по *внутреннему* стандарту, на который не оказывается мешающее влияние. На практике это осуществляют количественными расчетами *хроматограмм* всех экстрактов

по отношению к одному и тому же внутреннему стандарту и расчетом значений R_{relr} для всех экстрактов. На отклик выбранного стандарта оказывается мешающее влияние, только если R_{relr} > 1,05. В таких случаях можно провести количественные расчеты относительно другого стандарта умножением рассчитанных концентраций на значение R_{relr} для каждого рассматриваемого экстракта.

Описанная проверка на отсутствие мешающего влияния предназначена только для обнаружения возможного мешающего влияния на месте пиков внутренних стандартов на рассматриваемой хроматограмме. Отсутствие мешающих соединений на месте пиков анализируемых ПХБ и ХОП определяют посредством подтверждения присутствия идентифицированных компонентов (по 8.4). Предполагается, что мешающие соединения отсутствуют на месте пиков ПХБ и ХОП, если проверка дает результаты, отличающиеся от первоначально полученных не более чем на 10 %.

Если результаты проверки дают значения концентраций ниже, чем полученные первоначально, предполагается, что первоначально рассчитанные концентрации завышены и обусловлены влиянием мешающих соединений. В этом случае в качестве результата анализа принимают меньшее из полученных значений, как более правдоподобное.

8.5.4.2 Процедура проведения расчетов

Рассчитывают концентрации ПХБ и ХОП относительно внутреннего стандарта следующим образом.

Подтверждают правильность отклика внутреннего стандарта:

Рассчитывают относительное отношение откликов R_{relr} для внутренних стандартов ПХБ и ХОП, используя следующее уравнение

$$R_{relr} = \frac{r_{e,155}}{r_{e,2}} \cdot \frac{r_{s,2}}{r_{s,155}}, \qquad (3)$$

где R_{relr} — относительное отношение откликов;

$r_{e,\,155}$ — отклик ПХБ-155 в экстракте;

$r_{e,\,2}$ — отклик второго выбранного стандарта в экстракте;

$r_{s,\,155}$ — отклик ПХБ-155 в рабочем стандартном растворе;

$r_{s,\,2}$ — отклик второго выбранного стандарта в рабочем стандартном растворе.

Теоретическое значение относительного отношения откликов R_{relr} составляет 1,00. Если R_{relr} = 1,00 ± 0,05, считают, что концентрации внутренних стандартов рассчитаны корректно, и для формулы *(4)* принимают R_{relr} = 1,00. Если же получают R_{relr} меньше 0,95 или больше 1,05, то следует перепроверить расчеты по хроматограмме для обоих внутренних стандартов. Особое внимание при этом уделяют форме и ширине пиков. Если количественные расчеты проведены верно, то при расчете конечных концентраций для R_{relr} менее 0,95 корректировку не проводят, т.е. принимают R_{relr}, равное 1,00, а для R_{relr} более 1,05 — проводят, принимая R_{relr} равным рассчитанному значению.

Рассчитывают *массовые доли* идентифицированных соединений относительно внутреннего стандарта ПХБ-155 по формуле

$$\rho_{m,i} = \frac{r_{e,i}}{r_{e,155}} \cdot \frac{m_{e,155}}{r_{rel,i,155}} \cdot \frac{2f_t}{m_s \cdot \rho_d} \cdot R_{relr}, \qquad (4)$$

где $\rho_{m,i}$ — содержание индивидуального ПХБ или ХОП в образце, мкг/кг сухого вещества;

$r_{e,i}$ — отклик ПХБ или ХОП в экстракте;

$r_{e,155}$ — отклик внутреннего стандарта ПХБ-155 в экстракте;

$m_{e,155}$ — масса внутреннего стандарта ПХБ-155 в экстракте, нг;

$r_{rel,i,155}$ — относительный отклик ПХБ или ХОП в стандартном растворе по отношению к ПХБ-155;

f_t — фактор сложения по [2];

m_s — масса анализируемого образца, г;

ρ_d — массовая доля сухого вещества в естественно-влажном образце, определяемая при высушивании образца при 105 °С по [1];

R_{relr} — относительное отношение откликов (см. 8.5.4).

Полученные результаты округляют в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2

Содержание, мкг/кг	Округление проводится до, мкг/кг
От 1 до 100	1
От 100 включ до 1000	10

9 Оформление отчета

Отчет должен содержать:

- информацию об анализируемом образце;
- ссылку на настоящий стандарт;
- условия газохроматографического анализа и описание использованных колонок;
- содержание индивидуальных ПХБ и ХОП, мкг/кг сухого вещества, округленные в соответствии с таблицей 2;
- дополнительные сведения, не оговариваемые в настоящем стандарте, но имеющие значение для адекватного представления полученных результатов.

Приложение А
(справочное)

Время удерживания полихлорированных бифенилов и хлорорганических пестицидов для двух различных капиллярных колонок

Таблица А.1

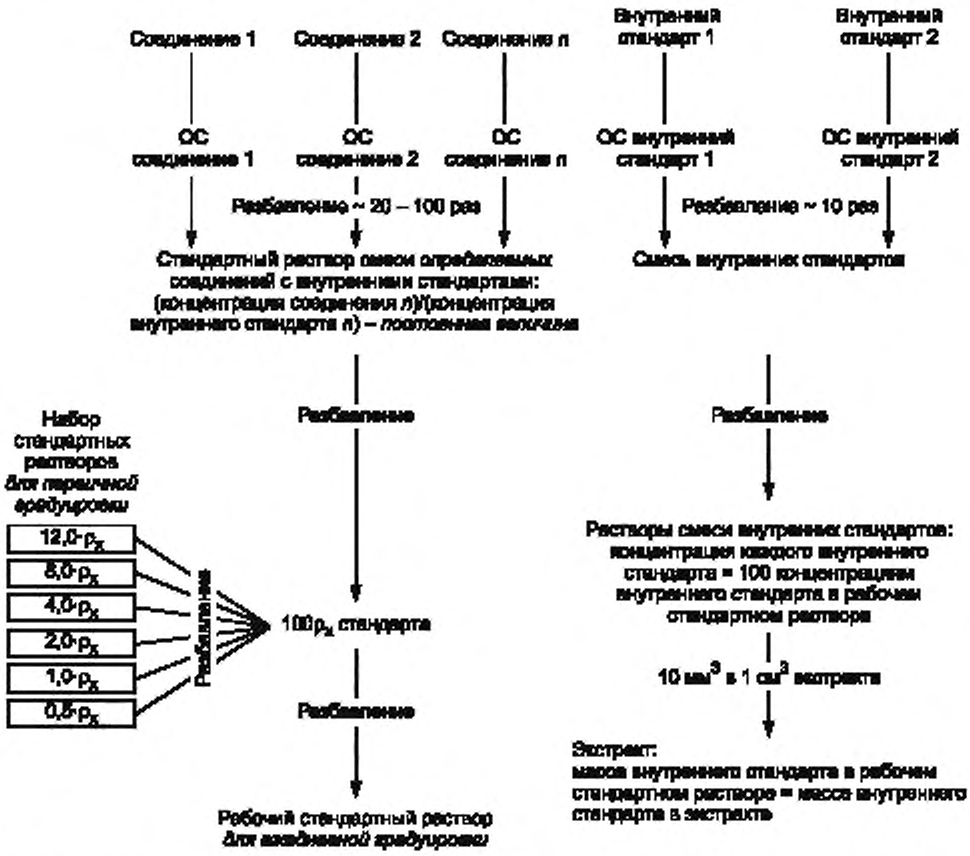
Соединение	Время удерживания, мин	
	Колонка А*	Колонка В**
1,3,5-трихлорбензол	12,67	12,16
1,2,4-трихлорбензол	13,75	13,59
1,2,3-трихлорбензол	14,81	14,69
1,2,3,5-тетрахлорбензол	18,25	17,35
1,2,4,5-тетрахлорбензол	18,25	17,35
1,2,3,4-тетрахлорбензол	19,82	19,34
Пентахлорбензол	24,19	23,12
Гексахлорбензол	29,50	28,38
α-ГХЦГ	29,01	30,36
β-ГХЦГ	30,22	35,41
γ-ГХЦГ	30,63	32,29
Альдрин	35,75	34,82
Диэльдрин	40,40	40,76
Изодрин	37,00	36,53
Эндрин	41,57	41,86
Телодрин	36,38	35,93
Гептахлор	34,13	33,55
Гептахлорэпоксид (*транс*-)	37,60	37,90
Гептахлорэпоксид (*цис*-)		
α-Эндосульфан	39,12	39,01
o,p'-ДДД	40,55	41,33
p,p'-ДДД	42,27	43,92
o,p'-ДДЭ	38,58	38,36
p,p'-ДДЭ	40,05	39,87
o,p'-ДДТ	42,56	42,28
p,p'-ДДТ	44,64	45,19
ПХБ-28	33,32	32,98
ПХБ-52	34,85	34,54
ПХБ-101	38,71	38,27
ПХБ-118	41,89	41,61
ПХБ-138	45,00	44,54
ПХБ-153	43,18	42,49
ПХБ-180	50,41	49,47

* 50 м CP-Sil 8; 0,22 мм · 0,12 мкм.
** 50 м CP-Sil 19; 0,22 мм · 0,12 мкм.

Примечание — В зависимости от используемой колонки возможно совместное элюирование указанных ПХБ с другими конгенерами. Информацию по совместному элюированию можно получить в спецификации соответствующей колонки или на тестовых хроматограммах.

Приложение В
(справочное)

Схема приготовления стандартных растворов, включая внутренние стандарты



Для ρ_x вначале используют 10 мкг/дм^3.

Соединение *n* — один из стандартов по таблице 1 (по 4.9.1 или 4.9.2).

Внутренний стандарт *m* — один из внутренних стандартов по таблице 1 (по 4.9.3).

ОС — индивидуальные концентрации основных стандартных растворов (см. 6).

Приложение С
(справочное)

Результаты межлабораторного эксперимента, проведенного в Голландии

Для анализа было предложено пять различных почвенных образцов. В эксперименте участвовало от 6 до 10 лабораторий. В качестве результатов представлены относительное стандартное отклонение (*rsd*) воспроизводимости и усредненное значение концентраций определяемых веществ в анализируемых образцах.

Таблица С.1

Соединение	Предел *обнаружения* для почвы, (мг/кг) · ρ_d	Предел *обнаружения* для донных отложений, (мг/кг) · ρ_d	*Прецизионность в условиях повторяемости* для почвы *r*, %	*Прецизионность в условиях повторяемости* для донных отложений *r*, %
ПХБ				
ПХБ-28	1,0	1,5	10	10
ПХБ-52	1,7	1,0	9	9
ПХБ-101	0,5	0,4	8	7
ПХБ-118	0,5	0,5	5	10
ПХБ-138	3,1	0,3	6	4
ПХБ-153	0,8	0,2	5	10
ПХБ-180	0,4	0,3	5	5
ХОП				
Альдрин	0,2	0,5	13	8
Диэльдрин	0,3	0,2	9	9
Эндрин	0,4	0,3	8	14
2,4'-ДДТ/4,4'-ДДТ	0,4/4,4	0,3/0,2	7/9	34
2,4'-ДДД/4,4'-ДДД	0,3/0,4	0,14/0,15	7/5	9/6
2,4'-ДДЭ/4,4'-ДДЭ	0,3/0,8	0,13/0,10	10/5	11/12
α-Эндосульфан	0,1	0,39	12	7
α-ГХЦГ	0,1	0,23	14	12
β-ГХЦГ	0,3	0,24	8	12
γ-ГХЦГ (линдан)	0,2	0,24	13	11
Гептахлор	0,3	0,51	12	13
транс-гептахлорэпоксид	0,2	0,3	9	7
транс/*цис*-хлордан	0,3/0,3	0,3/0,2	9/9	12/10
Гексахлорбутадиен	0,2	0,7	27	22
Трихлорбензол	1,6	0,6	7	27
Тетрахлорбензол	0,7	0,8	13	10
Пентахлорбензол	0,3	0,5	12	10
Гексахлорбензол	0,4	0,5	11	7

Таблица С.2

Соединение	Вид пробы									
	Глина SC 101		Торф SP 111		Песок SS 155		Донные отложения WC 102		Донные отложения WC 106	
	СКО*	w**	СКО*	w**	СКО*	w**	СКО*	w**	СКО*	w**
ПХБ										
ПХБ-28	29	3			89	490	59	62	130	64
ПХБ-52	59	3			61	370	54	37	104	110
ПХБ-101	27	5			103	700	52	47	52	29
ПХБ-118	29	4			46	490	47	34		
ПХБ-138	40	7			23	610	66	41		
ПХБ-153	27	8			40	480	47	50	142	110
ПХБ-180	20	5			79	260	57	24	93	30
ХОП										
Альдрин			34	110	146	23000			58	3100
Дизельдрин			49	67	64	12000			73	6100
Эндрин			49	13	43	1800			65	550
ДДТ	49	53	78	690	106	130000	47	26	80	230000
ДДД	49	13	81	110	72	12000	117	19	51	110000
ДДЭ	29	120	42	81	84	12000	66	16	85	4400
α-Эндосульфан			23		56	3500			61	5500
α-ГХЦГ			74	8	28	390			47	7
β-ГХЦГ			49	14	66	2300			52	530
γ-ГХЦГ (линдан)			43	7	29	860			66	32
Гептахлор			76	2	125	580			71	130
Гептахлорэпоксид					77	620			67	35
Хлордан										
Гексахлорбутадиен										
Хлорбензол										
Трихлорбензол										
Тетрахлорбензол										
Пентахлорбензол							65	7		
Гексахлорбензол							60	14		

* Относительное стандартное отклонение, %.

** Усредненное *значение содержания* [(мкг/кг) · ρ_d].

Таблица С.3

Соединение	Число лабораторий	r*, %	R**, %
Глина			
ПХБ	10	от 4 до 10	от 20 до 60
ХОП	10	от 4 до 13	от 30 до 50
Хлорбензол	10	от 10 до 15	—
Торф			
ПХБ	9	—	—
ХОП	9	—	от 25 до 80
Хлорбензол	9	—	—
Песок			
ПХБ	10	—	от 25 до 100
ХОП	10	—	от 30 до 150
Хлорбензол	10	—	—
Донные отложения			
ПХБ	10	—	от 50 до 65
ХОП	10	—	от 50 до 120
Хлорбензол	10	—	от 60 до 65
Донные отложения			
ПХБ	10	от 4 до 10	от 50 до 140
ХОП	10	от 4 до 15	от 45 до 85
Хлорбензол	10	от 5 до 15	—

* Коэффициент варьирования в условиях повторяемости.
** Коэффициент варьирования в условиях воспроизводимости.

Приложение D
(справочное)

Проведение очистки с целью удаления элементарной серы и некоторых органических соединений серы

D.1 Реактивы

D.1.1 Сульфат меди (II) 5-водный, $CuSO_4 \cdot 5H_2O$.

D.1.2 Соляная кислота, HCl, *молярной* концентрации 2 моль/дм^3.

D.1.3 Цинк гранулированный, частицы размерами 0,3 — 1,4 мм.

D.1.4 Водный раствор анионного ПАВ, например, натриевой соли н-додекан-1-сульфоновой кислоты, $CH_3(CH_2)_{11}SO_3Na$, массовой *доли* 35 %.

Примечание — Допускается применение других промышленных ПАВ.

D.1.5 Вода, освобожденная от кислорода.

D.1.6 Ацетон.

D.1.7 Гексан.

D.2 Приготовление пирогенной меди

Примечание — Пирогенная медь имеет склонность к воспламенению. Соблюдайте соответствующие меры безопасности.

45 г сульфата меди (II) 5-водного (D.1.1) растворяют в 480 см^3 воды, содержащей 20 см^3 соляной кислоты (D.1.2), в стакане вместимостью 1000 см^3.

Во втором стакане вместимостью 1000 см^3 смешивают 15 г гранулированного цинка (D.1.3), 25 см^3 воды и одну каплю раствора анионного ПАВ (D.1.4).

С помощью магнитной мешалки (высокая скорость) размешивают эту смесь до образования однородной суспензии. Далее, не прекращая перемешивание на высокой скорости, осторожно при помощи стеклянной палочки по каплям добавляют раствор сульфата меди (II).

При этом выделяется водород и выделяется взвесь элементарной пирогенной меди, окрашенная в красный цвет.

Продолжают перемешивание до практически полного прекращения выделения водорода. Дают образовавшейся взвеси осесть. Надосадочную жидкость аккуратно сливают и трижды промывают образовавшийся продукт водой, освобожденной от кислорода (D.1.5), для удаления остатков солей.

Осторожно, продолжая перемешивание, заменяют воду ацетоном (D.1.6). Эту операцию повторяют трижды, используя каждый раз по 250 см^3 ацетона для наиболее полного удаления воды.

Повторяют предыдущую операцию, заменяя ацетон гексаном (D.1.7). Также используют 250 см^3 гексана и трижды проводят обработку вещества.

Осторожно переносят медь в гексане в колбу Эрленмейера и хранят под слоем гексана. Колбу герметично закрывают для предотвращения попадания воздуха и хранят во взрывобезопасном хладотермостате при температуре от 2 °С до 8 °С.

Срок хранения пирогенной меди *не более* 2 мес. После этого эффективность меди для очистки *экстракта* начинает уменьшаться. При этом цвет приготовленного препарата меди изменяется.

D.3 Очистка с использованием пирогенной меди

В центрифужную пробирку помещают 1 — 2 см^3 экстракта в петролейном эфире. Добавляют 100 мг порошка пирогенной меди, приготовленной согласно D.2. Смесь центрифугируют не менее 5 мин при скорости вращения приблизительно 3500 об/мин (*раствор не должен быть* мутным). Экстракт отделяют и при необходимости проводят дальнейшую очистку с использованием колоночной хроматографии.

Библиография

[1] ИСО 11465:1993 Качество почвы. Определение содержания сухих веществ и воды по массе. Гравиметрический метод

[2] ИСО 14507:2003 Качество почвы. Подготовка образцов к определению содержания органических загрязняющих веществ

УДК 631.423.4:006.354 ОКС 13.080.10 С09

Ключевые слова: почва, безопасность, хлорорганические пестициды, полихлорированные бифенилы, газовая хроматография

Редактор *О.А. Стояновская*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 24.03.2009. Подписано в печать 29.05.2009. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,10. Тираж 288 экз. Зак. 338.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru